

金相浸蚀

朱钰如 吴韵霞 译



上海交通大学情报室

上海新中动力机厂情报室

09712

75-221

708

金 相 漫 蚀

朱钰如 吴韵霞译

zk437/12



前 言

最近几年来，金相制备技术已从经验的手工的方法逐步发展成为具有较好的重复性的自动化的方法。本书鉴于这一情况，首先叙述了各种近代制备技术以及它们的相互关系，然后列举对于各种材料有效的制备配方，其中大都经过作者本身的实践。如宇航和核工程中所用的金属和合金以及金属陶瓷和特殊陶瓷等。此外还特别注意到对不具备精密昂贵设备的中小型金相实验室尤为适用的一些制备程序。内容丰富，适合于我国目前生产及材料研究的需要，因而组织力量予以译出。

本书在翻译过程中，承六机部科技局及造船局领导的关心与支持，并得到上海材料所桂立丰付所长、陶正耀付总工程师和交大李鹏兴副教授的指导，特表示衷心的感谢。

由于我们对翻译工作经验不足，且限于水平，缺点和错误在所难免，希广大读者批评指正。

上海交通大学情报室

上海新中动力机厂情报室

一九八一年四月

目 录

第一章 金相试样制备的先进技术

试样的切割.....	(1)
试样的夹持.....	(3)
标记.....	(8)
磨光和抛光.....	(8)
机械磨光和抛光	
切片机切割	
电介磨光及抛光:	
化学抛光联合抛光法	
自动磨光及抛光	
抛光方法的评述	
清洗.....	(28)
浸蚀.....	(29)
光学显示	
电化学 (化学) 浸蚀	
物理浸蚀	
试样贮藏.....	(35)
浸蚀的重现性.....	(35)
浸蚀命名法.....	(37)
浸蚀术语介译.....	(38)
无损金相检验.....	(42)

第二章 金属材料试片的制备

Ag 银	(43)
Al 铝	(45)
Au 金 Ir 铱 Os 铑 Pd 钯 Pt 铂 Rh 铑	
Ru 钌 Be 铍	(54)
Bi 铋 Sb 锑	(63)
Cd 镉 In 铟 Tl 铊	(66)
Co 钴	(68)
Cr 铬 Mo 钼 Nb 铌 Re 铼 Ta 钽 V 钒 W 钨	(73)
Cu 铜	(80)
Fe 铁 钢 铸铁	(87)
Ge 锗 Se 硒 Si 矽 Te 碲, A III Ev 和	
A II B IV 化合物	(99)
Hf 铪 Zr 锆	(103)
Hg 汞合金 (汞齐)	(106)
Mg 镁	(108)
Mn 锰	(112)
Ni 镍	(113)
Pb 铅	(121)
Pu 钷 Th 钍 μ 钍	(125)
RE 镧和Rare Earth稀土金属 (镧化合物)。	
Ce 铈 Dy 镝 Er 铒 Gd 钆 Ho 钬	
La 镧 Lu 镥 Nd 钕 Pm 钷 Pr 镨	
Sm 钐 Tb 铽 Yb 镱 Tm 铥	(128)
Sn 锡	(129)
Ti 钛	(133)
Zn 锌	(137)

第 三 章

特种陶瓷及金属陶瓷的制备(陶相学)

特种陶瓷及金属陶瓷的制备 (陶相学)	(143)
氧化物	(145)
碳化物	(151)
氮化物	(156)
硼化物	(158)
磷化物和硫化物	(159)
金属陶瓷	(160)
铁基上的氧化铁层	(164)
附录 A: 关于处理危险材料的提示	(166)
附录 B: 制备浸蚀剂所用的化学药品备注	(169)

第一章 金相试样制备的先进技术

显微及宏观金相分析试样的制备方法是多种多样的，这是由于研究的材料各异，以及已积累了不少常用资料的方式各不相同之故。因而，传统的方法，必须与试样更科学的制备、专利、市场供应状况、改进制备技术与仪器方面的新进展等一起来考虑。因而，广泛评述试样的制备是困难的。但有些问题已较为明确，准备于本书列出常用试剂表之前，先系统的予以说明。不过，对金相试样制备方面的全部要求都满足的万能技术是没有的。

金相试样的制作一般需要一定的程序：取样、夹装、标号、磨光、抛光、清洗及浸蚀等。其中每一步都有各种方式，随材料的性质而异。原则上，制备试样需几个步骤，但不是每次都需经历所有的步骤。在制作的每一阶段都应十分小心，因任何一步的疏忽，都可能影响下一步。

甚至，不适当的操作可以形成“伪组织”，导致错误的分析解释。

供显微及宏观分析用的满意的金相试样，需有一个具有代表性的平面区域。为了能清楚的显示组织细节，该区域必须无表面形变引起的变化，没有材料的流变，曳尾和划痕等。有时尚需保护好样品的边缘。一般说来，对任何固态材料总有某些适用的制作步骤。虽然它常常需要有较大的耐心，即使对最不严格的日常检验，也不能采取粗糙的试样制备，因这样会使观察及分析的后果产生问题。

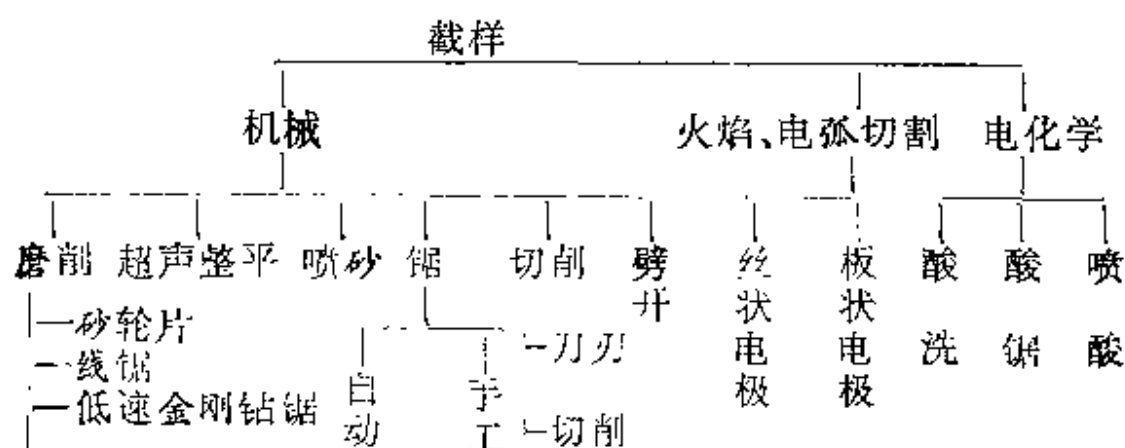
试样切割 (图一)

制备试样的第一步——从整块材料上选取试样——是特别

重要的。若选取的试样没有代表性，那它以后就不能改正。对于不适当的切割，也很难修补，因若要消除已产生的损伤，必须要进行耗费时间的附加修正步骤。

切割应在不引起材料严重变化的情况下，提供一个适于以后进一步制备所需要的平面。由于形变以及因发热而使裂缝形成及扩展、再结晶、局部回火甚至部份熔化等会使试样的组织变化，用大量的中性润滑油及冷却剂（水、油、压缩空气等），可使该问题缩至最小。

用火焰，正常的机械锯、切割、喷砂或劈开等法截取试样时，应注意离开欲观察的面足够的距离，以免造成不良的影响。欲使最后得到的试样仍能保持原始的组织状态，初始的试样必须足够大。然后将其用更高级和精密的方法再行磨制或切割，以得到一个进一步磨制所需要的平面。理想的是应该使用能形成立即可作细磨或抛光的平面的那些方法。如磨削，超声波整平，电弧切割及电化学加工等。虽然这类保存材料的截取法，首先是为了省略“初始试样”的步骤，但这些方法是麻烦和耗时的，仅用于特殊情况下（单晶体，半导体及脆性材料），对日常检验来说是不经济的。



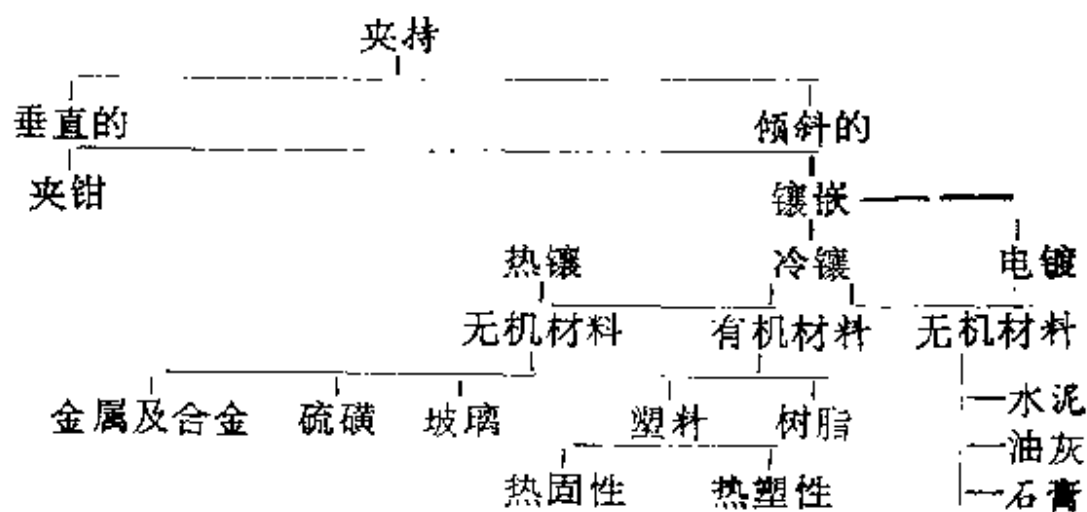
图一 金相试样切取法

适应性最广、最经济的切割方法是砂轮切割。一个薄而快速旋转的磨削砂轮，可于十五秒到几分钟的时间内得到一个高质量、低畸变的切削面(时间取决于材料及断面大小)。这些技术几乎是通用的。磨削的主要参数是砂轮片的成份，冷却条件及技术。砂轮由磨粒(氧化铝及碳化硅)用树胶、橡胶或树脂—橡胶粘合起来。用控制生产的方法，可以制得“软”(低磨擦阻力)或“硬”(高磨擦阻力)的砂轮片。金刚石切片是用树脂或金属粘结而成的。

一般，软的砂轮片用于切割硬的材料，硬的砂轮片用于切割软的材料。靠重力推进的低速(到300r p m)金刚石锯片最近已能快而十分满意的切割小而精制的试样，且可使畸变减至最低程度。

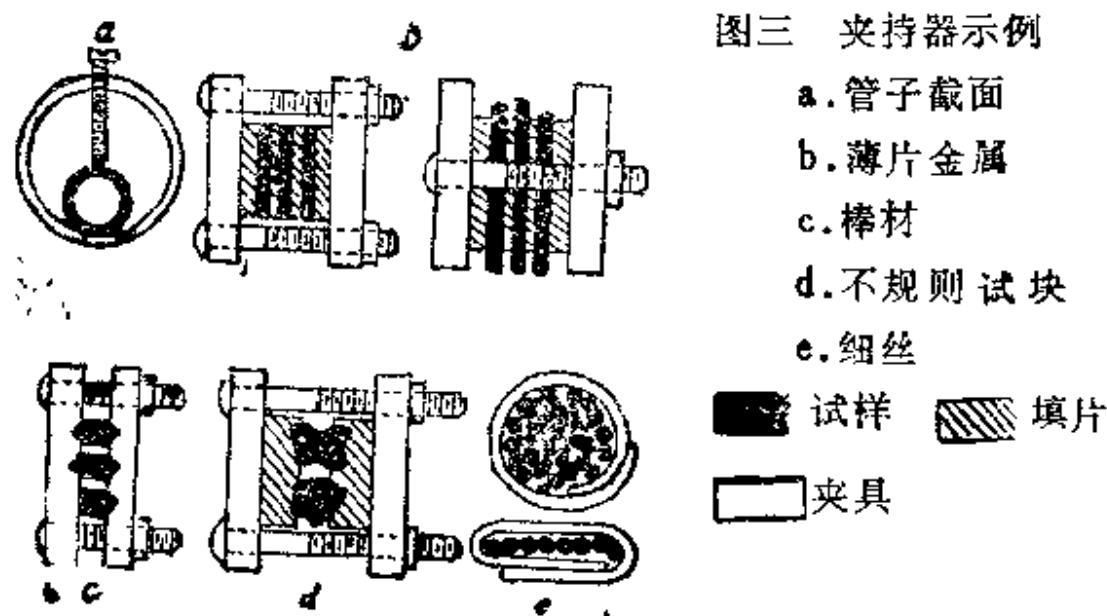
试样的夹持 (图二)

磨制规则的、细小的、非常软的、多孔或易碎的以及需防止倒角的试样时，可将其装在夹持器中。当很多试样需放在一起磨制或要用自动抛磨机制备试样时，镶嵌更是不可少的。一般是在切割后夹持，但在处理大量很细小的试样时，往往可颠倒此程序。一般夹持程序很易适应于有疑问的特殊情况。现有的多种夹持方法可归结为两种常用的基本方式：夹钳和镶嵌。



图二 金相试样的夹持法

钳夹：是将一些试样一起装夹在一个简单的夹具中的方法（图三）。试样材料与夹具一般应具相同的机械和化学特性，这样于抛光时不致形成表面浮雕，浸蚀时也不致受影响。夹具一般由软钢、铝合金或铜合金制成，其中不锈钢为最广泛用于各种材料试样的夹具材料。



有时用吸收震动的垫片（软木、橡皮、塑料）来减少变形，但这样会影响试样的制备。用夹具常会遇到的一个问题是浸蚀剂和溶剂要渗入试样的缝隙，使形成令人讨厌的污迹。

塑料镶嵌是现代最流行的夹持金相试样的方法，用于金相镶样的两种主要塑料类型为“热”镶和“冷”镶树脂。

热镶：树脂 + 压力 + 热 = 聚合物

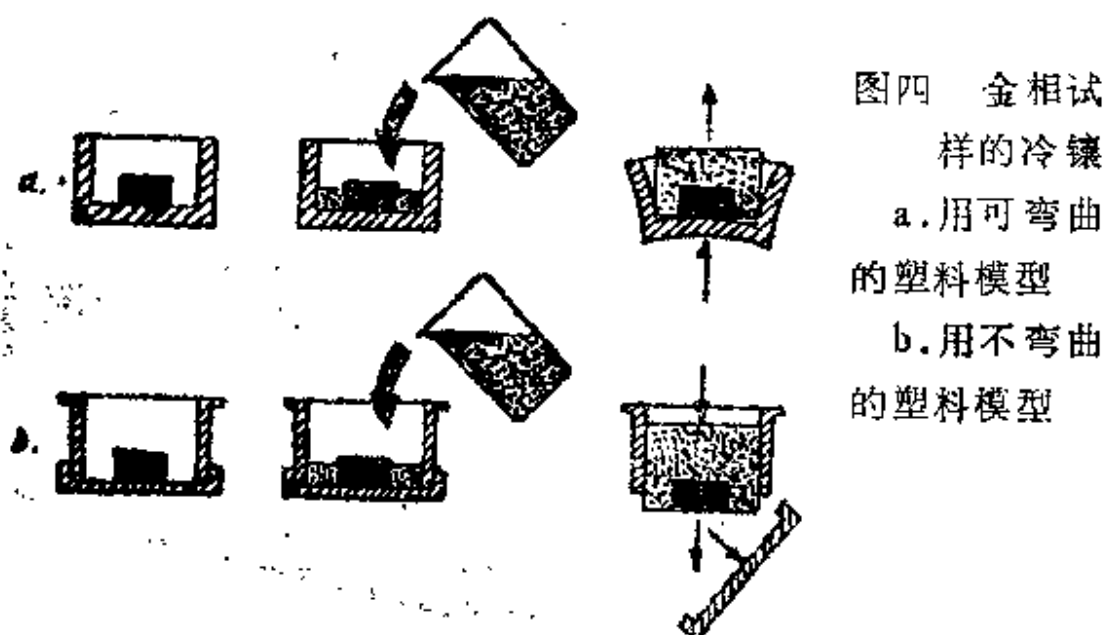
冷镶：单体 + 催化剂（发热） = 聚合物 + 热。

热镶压模成型需由一压力机产生足够的压力，加到一个约

热至 150°C 的试模上，在温度和压力条件下，粉状树脂熔融然后成形。热固性树脂如酚醛，随时间而发生不可逆的固化和硬化。热塑性材料在压力下冷到一较低的温度下固化，但可以于加热时重熔。

冷镶（室温固化树脂）需均匀的将两种组份混合。这两种组份通常为粉末和液体（一种单体和一种催化剂），将它注入适当的、永久性的可以重复使用的模子中（如放在玻璃板上的金属或玻璃环），或注入消耗性的模子（如放在玻璃板上的酚醛环）中去，这两种组份发生作用，形成一个固态夹具。

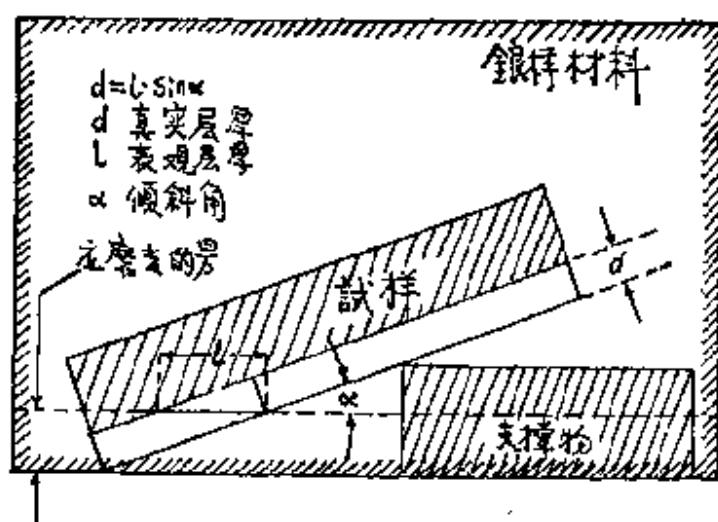
（图四）



镶嵌多孔或有微裂纹的试样时，室温固化型镶料是有效的。藉真空室，孔洞和裂纹可以用镶料填满，而气孔可以排除。一般这种真空浸渍技术对粉末金属、陶瓷多孔性试样等特

别适用。

对薄层片、复层、扩散层等由于不易观察及测量，使金相分析带来了困难。此时，可用倾斜技术来增加表观的薄层厚度。试样在模子中倾斜一个小的角度，如图五所示，观察时薄层的增宽度取决于倾斜角度，如表一所示。



图五 倾斜切面
(斜置，增加层宽)

$d = L \cdot \sin \alpha$
(真实层宽度)
L: 观察到的宽度
 α : 倾斜角

表一 倾斜角与层宽度增量的关系 (见图五)

层宽增加	倾 斜 角	层宽增加	倾 斜 角
25 : 1	2°20'	1 : 5	11°30'
20 : 1	2°50'	2 : 1	30°
15 : 1	3°50'	1.5 : 1	40°50'
10 : 1	5°50'		

用于金相冷镶及热镶的镶嵌材料 (封灌剂) 的主要性能要求为:

- 相对于试样材料、浸蚀剂、模子及其它制备过程需用的试剂都是中性的。
- 液态具有中等的粘度，凝固后无气泡。
- 低的线收缩。
- 对试样的粘着性好。
- 硬度与摩擦阻力与试样相似。

许多商业上供应的热固性和热塑性材料均可满足这些要求。热塑性材料甚至在重复加热后于特定的温度间隔内仍可保持塑性。而热固性材料在加压、加热后或受催化剂作用后，它的硬化是不可逆的。

虽有许多镶嵌用的塑料具有所需的特性，但对某一种具体的使用情况来说，常有一相应最佳的镶料。镶料的性质可以调整，使之适用于某种专门的目的。在用电介制样时可加入银、铜等金属填料，以产生导电性。也可由自背面从镶料到试样钻一孔，插入导体，以获得导电性。还可通过加入耐磨填料，如 Al_2O_3 等来增加硬度及耐磨性。此对保持试样的边缘特别有利。填料通常在制样过程中加入到压镶（热）塑料中去。在用室温固化性封灌剂时，填料通常于浇铸前混料时加入。在固化过程中，当镶嵌塑料从试样表面“撒”去时，有可能会形成收缩裂纹。采用低线收缩性的环氧树脂或藉先浇一层塑料或电镀一层金属在关键性的表面上，可以避免或减小这问题，使可用一般的方法来镶样。

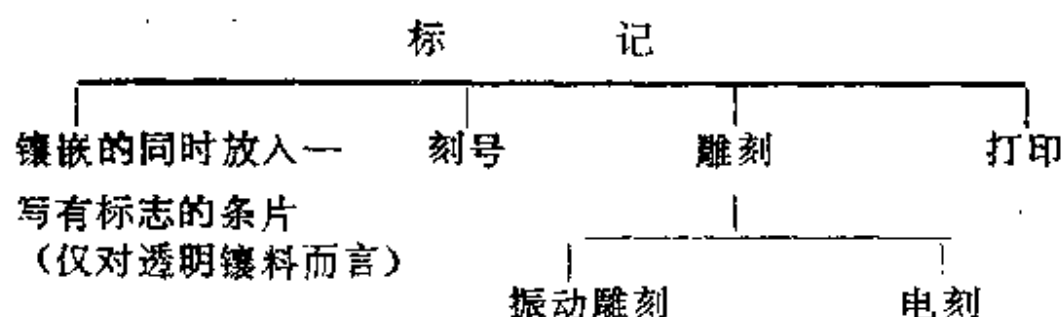
热镶时试样被加热。但有时在“冷”镶时，也会发生加热情况。特别是聚脂镶料的放热反应，使于固化时可高达 $150^{\circ}C$ 温度。环氧树脂和聚脂，当催化剂或硬化剂比例太高或散热较

差时，也会发生这种情况。所以，一般应严格按混合比配制。镶样时应将注模放在通风处固化。可能的话可放在通风橱中，有时还需用水冷却。

对温度及压力敏感的材料，应镶在室温固化的树脂中，加热不敏感的硬性材料，可采用更经济的压制法。若只有几只试样，热镶比冷镶快，对大量的试样则反之。

标 注（标记）（图六）

试样只有在知道它的来源时才有用。因此，必须清楚的刻上标记，使它在以后磨制过程中的任何时刻都不会弄错，标刻不能使试样表面发生任何变化，这一点是非常重要的。如打印、振动雕刻等方法会引起局部变形。又如在利用电火花挥发原理作电刻时，由于与周围大气的的作用，材料的局部组成会发生变化，这些变化通过脱炭、重熔和快冷等使组织发生变化。热处理试样对这些作用特别敏感，所以应标刻在试样磨面的背面，以免受损。标号应在夹持试样时立即标刻上，以免漏失标记。



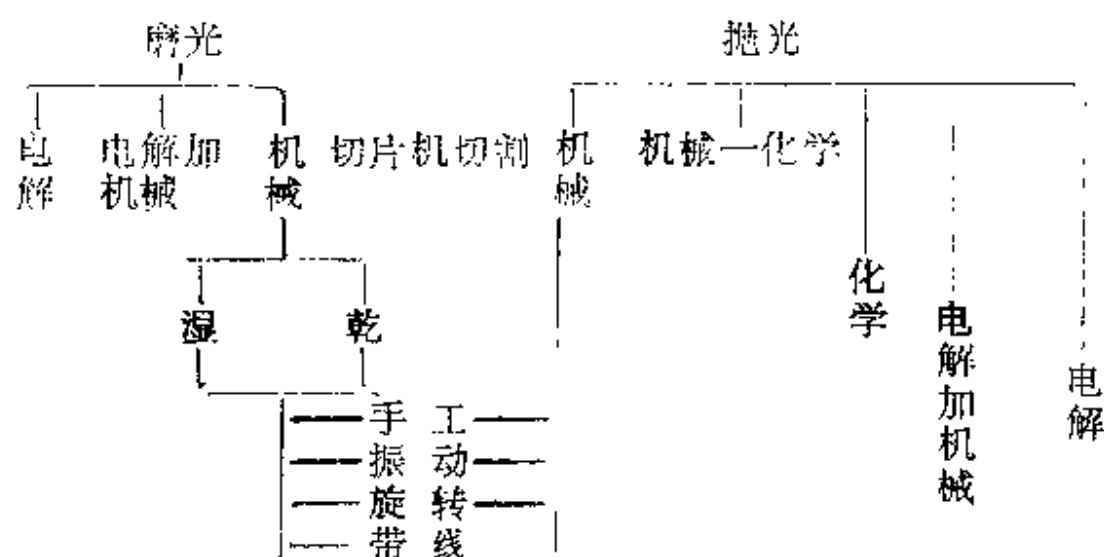
图六 金相试样的标记方法

磨光及抛光（图七）

粗磨和细磨是制作一满意的抛光试样的初步，磨光及抛光后可以得到一个平滑的表面，除去试样表面的形变层，以显示

出试样的真实组织。由粗磨到细磨分几步进行，可以有效的减少变形层，粗磨能除去严重的表面缺陷，得到一个相当于一个锉光或刨光的表面——这些加工方法在金相制样中一般是不大用使的。粗磨表面的不平度约在 $10\sim 100\mu\text{m}$ 的范围内（ $1\mu\text{m} = 10^{-3}\text{mm} = 3.9\times 10^{-5}\text{in}$ ）。磨光平面的不平度约为 $1\sim 10\mu\text{m}$ 。虽然磨制能形成一个光滑、平整的表面，但它只适用于宏观浸蚀或低倍金相分析。

因磨光与抛光间无明显的界线，细磨与粗抛之间有相当的重叠区。因而，磨光与抛光于此同时叙述。



图七 金相试样的磨光及抛光法

机械磨光和抛光

机械磨光和抛光是最普通的磨制方法。通常是用手工技术在带有磨料的震动平板、转盘或连续的条带上磨削。

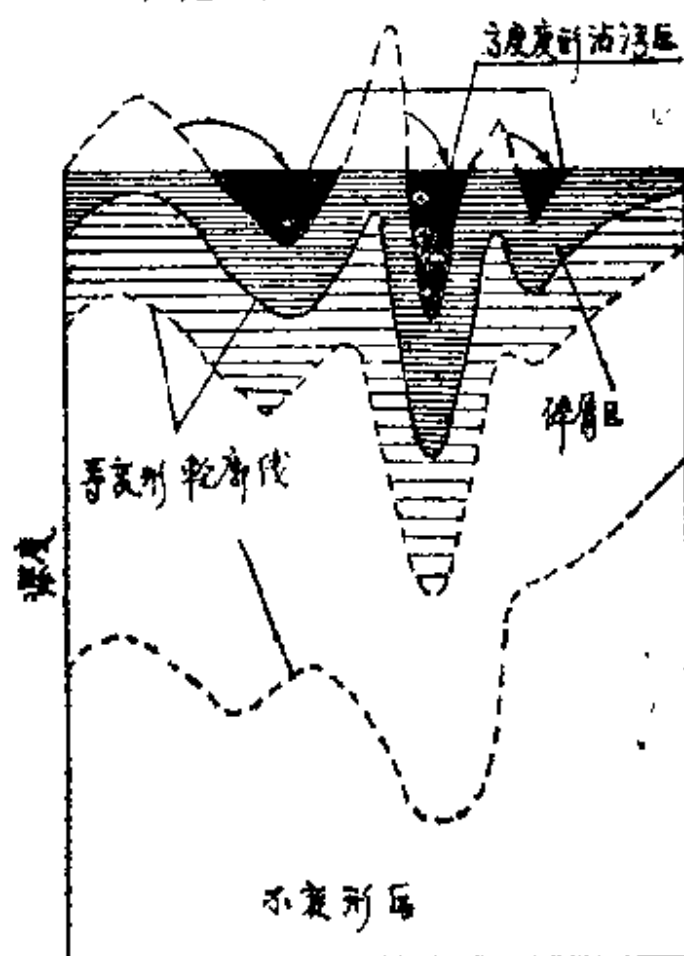
在机械磨光和抛光过程中，金属表面被磨削成碎片或碎屑而除去。试样和抛光支撑物之间的相互粘结而发生的磨光作用并不大。划痕、形变、污点等则是机械磨光和抛光所特有的不良后果。抛光和磨光的目的是逐步去除形变层，直至几乎没有形变层，以得到一个适用的金相磨面。

形变主要在粗磨时形成，而塑性变形造成的污痕则较多出现于抛光时。此可从图八示意表明，设磨光形成一个平整的表面，磨痕已经除去，划痕的凹陷部份为原先突出于样品表面的材料所填平。这是抛光阶段中松散未粘在磨布上的磨料滚压作用的结果。这些填充的结果，形成图八所示的黑色沾污层。此黑色部份是试样上严重形变的材料与抛光物的混合。与此相邻的试样内层形变较小。等形变线不与试样表面平行，而平行于粗磨形成的轮廓线。

表面条件的改变，造成不同的性能。如电化学电位的差异。形变度最高的区域与浸蚀剂反应最剧烈，因而以较高的速度溶解。所以，抛光表面上的磨痕在浸蚀以后重又显示出来。这表明试样制备不佳。

划痕深变（粗糙度）加形变深度等于畸变层总深度。如图九所示。此图是以参考文献所用的钢为例的。粗糙度深度直接与磨粒粗细成比例，但形变层在初期增加后趋近于--常数。

粗糙层深度 + 形变层深度 = 材料扰乱层深度



⇒ 图八 金相切片磨光及抛光以后表面区域的示意图 (切面垂直于磨面)

↓ 图九 粗糙度深度, 形变层及表面扰乱层总深度与抛光磨料粒子尺寸的关系。

